

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-207119

(P2002-207119A)

(43) 公開日 平成14年7月26日 (2002.7.26)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	2 H 0 4 9
B 3 2 B 27/36		B 3 2 B 27/36	2 H 0 9 1
C 0 8 K 3/00		C 0 8 K 3/00	4 F 1 0 0
C 0 8 L 67/02		C 0 8 L 67/02	4 J 0 0 2
G 0 2 F 1/1335	5 1 0	G 0 2 F 1/1335	5 1 0
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-441(P2001-441)

(22) 出願日 平成13年1月5日 (2001.1.5)

(71) 出願人 000003001

帝人株式会社

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号

(72) 発明者 水谷 圭

神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社相模原研究センター内

(72) 発明者 市橋 哲夫

神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社相模原研究センター内

(74) 代理人 100077263

弁理士 前田 純博

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 偏光板離形用ポリエステルフィルム

(57) 【要約】

【課題】 透明性、シリコーン易接性、加工作業性に優れ、配向角が小さく、光学的異物が少なく、そして傷がつきにくい偏光板離形用フィルムを得ることを目的とする。

【解決手段】 少なくとも2層以上からなる共押出し偏光板離形用ポリエステルフィルム。ヘーズ値 $\leq 4\%$ 以下。配向角 $\leq 10$ 度以下。長径 $90\mu\text{m}$ 以上のフライスペックが $0.3\text{m}^2$ 当り5個以下である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも2層以上からなる共押出しフィルムであって、フィルムのヘーズ値が4%以下、配向角が10度以下、長径90 $\mu$ m以上のフリスベックが0.3m<sup>2</sup>当り5個以下であることを特徴とする偏光板離形用ポリエステルフィルム。

【請求項2】 中心線表面粗さRaが20nm以上60nm以下、10点平均表面粗さRzが500nm以上であることを特徴とする請求項1記載の偏光板離形用ポリエステルフィルム。

【請求項3】 フィルムの厚みが15 $\mu$ m以上75 $\mu$ m以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の偏光板離形用ポリエステルフィルム。

【請求項4】 平均粒径の異なる少なくとも2種以上の滑剤粒子を含有することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の偏光板離形用ポリエステルフィルム。

【請求項5】 シリコーンに対し易接着性の塗布層を有することを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の偏光板離形用ポリエステルフィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は偏光板離形用ポリエステルフィルムに関し、更に詳しくは透明性、滑り性、巻取り性、検査性に優れた偏光板離形用ポリエステルフィルムに関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、携帯電話、携帯用ゲーム機、車載用テレビ、電気機器、パソコン等の表示部に液晶表示装置が急速に普及しつつあり、特に携帯電話やノート型および省スペースデスクトップ型パソコンの需要が増加している。それに伴い、液晶ディスプレイの需要増と大画面化が進行している。液晶表示装置においては、液晶膜の両面に偏光軸が互いに直交するように偏光膜が貼り合わせてある。貼り合わせるまでの間は、偏光膜の片面に離形フィルムが貼り合わせてある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】離形フィルムは、偏光膜の表面傷防止の保護フィルムであり、最終製品には剥離されており、用いられることはないが、偏光膜を検品するため透明性であること、配向角が小さいこと、フリスベック（光学的異物）が少ないこと、離形性を得るためシリコーン層を塗設するがシリコーン易接着性であること、加工作業性が良いこと等が要求される。しかし、全てを満足する偏光板離形フィルムは見当たらないのが現状である。

【0004】本発明は、かかる従来技術の課題を解消し、透明性で配向角が小さいこと、シリコーン易接着性、フリスベック（光学的異物）が少ないこと、加工作業性が良いこと、傷がつきにくいことを同時に満足する偏光板離形用フィルムを提供することを課題とするもので

ある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、滑剤粒子の含有量の異なる少なくとも2層からなるポリエチレンテレフタレートを主とするポリエステルフィルムを用い、加工作業性を保持しながら高透明、低異物、低配向角を実現することにより、要求特性を満足する偏光板離形フィルムが得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

10 【0006】すなわち本発明の偏光板離形用ポリエステルフィルムは、少なくとも2層以上からなる共押出しフィルムであって、フィルムのヘーズ値が4%以下、配向角が10度以下、長径90 $\mu$ m以上のフリスベックが0.3m<sup>2</sup>当り5個以下であることを特徴とする。また好ましくは、中心線表面粗さRaが20nm以上60nm以下、10点平均粗さRzが500nm以上である偏光板離形用ポリエステルフィルムである。また好ましくは、フィルムの厚みが15 $\mu$ m以上75 $\mu$ m以下である偏光板離形用ポリエステルフィルムである。また好ましくは、平均粒径の異なる少なくとも2種以上の滑剤粒子を含有する偏光板離形用ポリエステルフィルムである。また好ましくは、シリコーンに対し易接着性の塗布層を有する偏光板離形用ポリエステルフィルムである。

【0007】＜ポリエステル＞本発明のフィルムを構成するポリエステルは、ポリエチレンテレフタレートまたはエチレンテレフタレートを主たる繰返し単位とする共重合体である。ポリエチレンテレフタレートは、ホモポリマーとしては高透明で偏光板離形用フィルムに適しており、特に機械的強度が大きい点が特長である。

30 【0008】本発明において、共重合ポリエステルの場合の共重合成分は、ジカルボン酸成分でもジオール成分でもよい。このジカルボン酸成分としてはイソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸等の如き芳香族ジカルボン酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、デカンジカルボン酸等の如き脂肪族ジカルボン酸、シクロヘキサンジカルボン酸の如き脂環族ジカルボン酸等が例示でき、またジオール成分としては1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ジエチレングリコール等の如き脂肪族ジオール、1,4-シクロヘキサジメタノールの如き脂環族ジオール、ビスフェノールAの如き芳香族ジオールが例示できる。これらは単独または二種以上を使用することができる。これらの中では、イソフタル酸が透明性、引裂き強度が共に高く、特に好ましい。

【0009】共重合成分の割合は、その種類にもよるが結果として、ポリマー融点が245℃～258℃（ホモポリマーの融点）の範囲になる割合である。融点が245℃未満では耐熱性が劣ることになる。また熱収縮率が大きく、フィルムの平面性が低下する。ここで、ポリエステルの融点測定は、Du Pont Instrum

ents 910 DSCを用い、昇温速度20℃/分で融解ピークを求める方法による。なおサンプル量は約20mgとする。

【0010】ポリエチレンテレフタレートまたは共重合ポリエステル（オルトクロロフェノール、35℃）は0.52~1.50であることが好ましく、さらに好ましくは0.57~1.00、特に好ましくは0.60~0.80である。この固有粘度が0.52未満の場合には引裂き強度が不足することがあり、好ましくない。他方、固有粘度が1.50を超える場合には、原料製造工程およびフィルム製膜工程における生産性が損なわれる。

【0011】本発明におけるポリエチレンテレフタレートまたは共重合ポリエステルは、その製法により限定されることはないが、テレフタル酸、エチレングリコール、共重合ポリエステルの場合は更に共重合成分を加えてエステル化反応させ、次いで得られた反応生成物を目的とする重合度になるまで重縮合反応させてポリエチレンテレフタレート、または共重合ポリエチレンテレフタレートとする方法がある。あるいはテレフタル酸ジメチルエステル、エチレングリコールを、共重合ポリエステルの場合は更に共重合成分を加えてエステル交換反応させ、ついで得られた反応生成物を目的とする重合度になるまで重縮合反応させてポリエチレンテレフタレート、または共重合ポリエチレンテレフタレートとする方法を好ましく挙げることができる。また、上記の方法（熔融重合）により得られたポリエチレンテレフタレートまたは共重合ポリエチレンテレフタレートは、必要に応じて固相状態での重合方法（固相重合）により、さらに重合度の高いポリマーとすることができる。

【0012】前記共重合ポリエステルには、必要に応じて、酸化防止剤、熱安定剤、粘度調整剤、可塑剤、色相改良剤、滑剤、核剤などの添加剤を加えることができる。また前記重縮合反応に使用する触媒としては、チタン化合物（Ti化合物）、ゲルマニウム化合物（Ge化合物）などが好ましく挙げられる。

【0013】＜添加微粒子＞本発明の偏光板離形用ポリエステルフィルムには、滑剤微粒子を添加してフィルムの作業性（滑り性）を確保することが重要であり、透明性をも維持するために各層の滑剤微粒子の平均粒径および添加量を最適範囲に調整することが好ましい。滑剤微粒子としては任意のものが選べるが、無機系滑剤としては、シリカ、アルミナ、二酸化チタン、炭酸カルシウム、硫酸バリウム等が例示でき、有機系滑剤としては球状シリコーン樹脂粒子、架橋ポリスチレン粒子等が例示できる。

【0014】本発明のフィルムは、少なくとも2層以上からなる共押しフィルムであり、各層に添加する滑剤粒子の平均粒径は、偏光膜に接する側は大粒径のものと

2500nm、更に好ましくは1000~2000nmの範囲であり、小粒径のものは、好ましくは50~800nm、更に好ましくは100~700nmの範囲である。大粒径粒子の平均粒径が3000nmを超えると、この面に塗設されたシリコーン層と偏光膜面との剥離強度が軽くなりすぎ、自然剥離が発生して実用性が低下する。また、ロールに巻いた時突起が転写して面の欠点となることがある。平均粒径1000nm未満の場合では、この面に塗設されたシリコーン層と偏光膜面との剥離強度が重くなりすぎ、剥離作業性が低下し、偏光膜の表面に剥離痕のような欠点を生じる。小粒径粒子の平均粒径が800nmを超えると耐擦傷性が発現し難い。一方、50nm未満では耐擦傷性を得るためには添加量を多くせねばならず、フィルムのヘーズ値が4%を超える。外面側では、2層の場合と3（または3以上）層の場合で異なる。3（または3以上）層の場合は偏光膜面に接する層と大略同様である。但し、塗工されないので、大粒径粒子の平均粒径の下限は500nmである。この場合、中間層の滑剤粒子は作業性には寄与せず、透明性を低下させるので、少ないほど良い。しかし、回収部分の再利用を考慮し、0%としないのが好ましい。中間層の滑剤粒子の含有量は、偏光膜と接する層の含有量の70%以下、更には50%以下であることが好ましい。含有量が70%を超えると、透明性が低下し、偏光板の欠点検査に際して欠点を隠してしまうので好ましくない。2層の場合には、外面側にも作業性を付与するため、滑剤粒子の含有量は、偏光膜と接する層の含有量の70%以下、20%以上であることが好ましい。20%未満では滑り性が悪く、作業性が悪い。

【0015】また、粗大粒子やフライスペックの個数を減らすには、製膜時のフィルターとして線径15μm以下のステンレス鋼細線よりなる平均目開き10~30μm、好ましくは15~25μmの不織布型フィルターを用い、熔融ポリマーを濾過することが推奨される。この方法により、粒径20μm以上の粗大粒子や長径90μm以上のフライスペックをほぼ除去できる。

【0016】滑剤粒子の材質は特定するものではないが、平均粒径200~3000nmの粒子としては球状シリコーン樹脂、球状シリカが好ましく、粒径分布がシャープであり、モース硬度が5以上の粒子が粒子の変形が小さいので好ましい。50~800nmの粒子としてはアルミナ、シリカ、酸化チタン、ジルコニアやこれらの複合酸化物が好ましく、2種以上併用してもよい。

【0017】滑剤粒子は、通常、ポリエステルの製造するための反応時、例えばエステル交換法による場合、エステル交換反応中ないし重縮合反応中の任意の時期、または直接重合法による場合の任意の時期に、反応系中に添加（好ましくはグリコール中のスラリーとして）される。特に、重縮合反応の初期、例えば固有粘度が約0.3に至るまでの期間に粒子を反応系中に添加するのが好

ましい。

【0018】＜フィルム厚み＞本発明のフィルムの厚みは15 $\mu$ m以上、75 $\mu$ m以下であることが好ましい。更には20 $\mu$ m以上70 $\mu$ m以下、特に25 $\mu$ m以上65 $\mu$ mの範囲内であることが好ましい。75 $\mu$ mを超えるとヘーズ値が4%を超えることがあり、検査精度が低下する上に、コスト高になるので好ましくない。厚み15 $\mu$ m未満では強度、いわゆる腰が不足し、離形時に剥し難くなる。

【0019】各層の厚みは、偏光膜に接する側は全厚みの3%以上50%以下、好ましくは4%以上40%以下、更に好ましくは5%以上30%以下である。2層の場合、他の層が全厚みの50%以上97%以下、好ましくは60%以上96%以下、更に好ましくは70%以上95%以下である。偏光膜に接する側即ち粗面側が50%を超えるとヘーズ値が4%を超えることがあり、3%未満であるとフィルムの巻取り性が悪く、製品歩留まりが低くなる。3（以上）層の場合、偏光膜に接する側の反対面の表層の厚みは全厚みの3～20%が好ましい。3%未満では効果が小さく、20%を超えるとヘーズ値が大きくなり易い。

【0020】＜フライスペック＞本発明のポリエステルフィルム中に存在する長径90 $\mu$ m以上のフライスペックは、0.3m<sup>2</sup>中に5個以下であることを要する。長径90 $\mu$ m以上のフライスペックは、光の直進を妨げ、画像の歪みの原因となるので少ないほど良い。フライスペックは異物、未溶解ポリマーや粗大粒子を核に生じるので、前述の不織布型フィルターの使用により、粗大粒子や異物を除去することが好ましい。更には、フライスペックの原因物を多くは含まない滑剤粒子を用いることが好ましい。

【0021】＜配向角＞本発明のフィルムの配向角は10度以下である。配向角が10度を超えると偏光膜を検品するに際し、視野が暗くなり、異物の検知精度が低下する。配向角が10度以下のフィルムを得るには、製膜機幅の中央部20%程度のみを用いるのが好ましい。残りの部分は他の用途に用いる。なおここで配向角とは、延伸による配向主軸の幅（横）方向となす角である。縦横逐次延伸による通常のポリエステルフィルムは、製膜時の幅方向の中央部では弱い横配向または均等配向であり、この配向角を0度とする。

【0022】枚葉フィルムの形態で供給することが可能な場合、打ち抜き機の一辺の方向を配向角に相当する角度だけ横方向から傾けて打ち抜くことにより、端部品も使用できるがロスが端程多くなる。

【0023】全幅フィルムの両端を把持具で把持し、入口幅と出口幅をほぼ等しくして熱処理ができる装置を有する場合、製膜法で述べる熱処理工程で、処理温度をより低くし、中央部の移動量を通常の半分程度にして製膜する。移動量は横延伸機に入る前のフィルムに、罫紙等

で横（幅）方向に直線を描き、横延伸機から出た後の直線が円弧状に曲がる量で求める。このフィルムを、把持具を持つ熱処理機であって入口幅と出口幅をほぼ等しくできる装置に通して200～245℃で熱処理する。このとき、製膜時と該熱処理時とは走行方向が逆になるように処理することが肝要であり、前記円弧状の線がほぼ直線状に戻るよう条件設定する。この処理により、両端部の異方性は矯正され、全幅に亘り、配向角10度以内が実現できる。しかし、生産性の減少（工程が増える）や把持具部分の廃棄による歩留まりの低下が避けられず、不利益もある。設備対応できる場合に限り、採用できる方法である。

【0024】＜表面粗さ＞本発明のフィルムの中心線表面粗さRaは、20nm以上60nm以下であることが好ましい。20nm未満であるとフィルム面が互いに密着する傾向があり、巻き姿や作業性が悪く、表面に傷がつき易い。60nmを超えると、透明性が低下し、検品性が低下する。10点平均表面粗さRzはシリコーン塗布側では500nm以上であることが好ましい。Rzが500nm未満であるとシリコーン塗布層の表面に突起が非常に少なくなり、偏光膜との剥離が重くなる。上限は特定できないが、Raが60nmを超えなければよい。このような表面粗さを得るためには、前述の滑剤粒子の添加による。

【0025】＜易接層＞本発明のポリエステルフィルムの片面即ち偏光膜と接する面に、シリコーン易接性の塗膜を形成させることが好ましい。シリコーンは偏光膜表面保護のために用いる本発明のフィルムを偏光膜から離形するために塗布するものであるが、ポリエステルフィルムとシリコーンは接着性が良くないので何らかの易接性の処理を要する。本発明においては、下記のプライマー層を形成することが好ましい。

【0026】プライマー層を構成するシランカップリング剤は、一般式YRSiX<sub>3</sub>で表わされる化合物である。ここで、Yはビニル基、エポキシ基、アミノ基、メルカプト基等の如き有機官能基、Rはメチレン、エチレン、プロピレン等の如きアルキレン基、Xはメトキシ基、エトキシ基等の如き加水分解基及びアルキル基である。具体的化合物としては、例えばビニルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、N-β（アミノエチル）-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-β（アミノエチル）-γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルトリメトキシシラン等を挙げるができる。好ましいシランカップリング剤としては、水溶性又は水分散性を有するカップリング剤である。

【0027】前記シランカップリング剤と共にプライマー層を構成するアルカリ性無機微粒子としては、例えば

酸化鉄ゾル、アルミナゾル、酸化スズゾル、酸化ジルコニウムゾル、シリカゾル等を挙げることができるが、特にアルミナゾル、シリカゾルが好ましい。就中シランカップリング剤の初期反応性（ダイマー化、トリマー化等）を促進する点から、シリカゾルが好ましい。

【0028】アルカリ性無機微粒子は表面積の大きい小粒径のものが良く、平均粒径が1~150nm、さらには2~100nm、特に3~50nmであるものが好ましい。平均粒径が150nmより大きくなると、表面積が小さくなりすぎ、シランカップリング剤の反応促進作用が低下し、かつプライマー層の表面が粗面化するため好ましくない。他方、平均粒径が1nmより小さくなると、表面積が大きすぎ、シランカップリング剤の反応制御が困難となり好ましくない。

【0029】アルカリ性無機微粒子の量は、シランカップリング剤の量に対して、1~50重量%、さらには2~20重量%であることが好ましい。この量が1重量%未満であると、架橋反応が進まず、他方50重量%を超えると塗布液の安定性に欠け、例えば無機微粒子の添加後短時間で塗布液中に沈殿が発生し、好ましくない。

【0030】シランカップリング剤及びアルカリ性無機微粒子を含有するプライマー塗布液、特に水性塗布液は、そのpHを4.0~7.0、好ましくは5.0~6.7に調整する。このpHが4.0未満になると、無機微粒子の触媒活性が失われ、他方7.0を超えると塗液が不安定となり、沈殿が生じるので好ましくない。このpHを調整する酸としては塩酸、硝酸、硫酸等の無機酸や酢酸、蟻酸、クエン酸、酢酸等の有機酸が用いられるが、特に有機酸が好ましい。

【0031】かかる塗布後、特に水性液には、アニオン界面活性剤、カチオン型界面活性剤、ノニオン型界面活性等の界面活性剤を必要量添加して用いることができる。かかる界面活性剤としては塗布液の表面張力を0.5N/m以下、好ましくは0.4N/m以下に降下でき、ポリエステルフィルムへの濡れを促進するものが好ましく、例えばポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステルソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、脂肪酸金属石鹸、アルキル硫酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルスルホコハク酸塩、第4級アンモニウムクロライド塩、アルキルアミン塩酸等を挙げることができる。更に本発明の効果を消失させない範囲において、例えば帯電防止剤、紫外線吸収剤、顔料、有機フィラー、潤滑剤、ブロッキング防止剤等の他の添加剤を混合することができる。

【0032】かかるプライマー塗布液をポリエステルフィルムの片面に塗布し、次いで乾燥、熱架橋させることで、架橋プライマー層を設けることができる。塗布は、通常のプライマー塗布工程、すなわち二軸延伸熱固定したポリエステルフィルムに、該フィルムの製造工程と切

離して塗布する工程で行ってもよい。しかし、この工程では、芥、塵埃などを巻き込み易いから、クリーンな雰囲気での塗工が望ましい。かかる観点よりポリエステルフィルム製造工程での塗工が好ましい。特に、この工程中で結晶配向が完了する前のポリエステルフィルムの片面又は両面に水性塗布液として塗布することが好ましい。

【0033】ここで、結晶配向が完了する前のポリエステルフィルムとは、ポリエステルを熱溶解してそのままフィルム状となした未延伸フィルム、未延伸フィルムを縦方向（長手方向）または横方向（幅方向）の何れか一方に配向せしめた一軸延伸フィルム、さらには縦方向及び横方向の二方向に低倍率延伸配向せしめたもの（最終的に縦方向または横方向に再延伸せしめて配向結晶化を完了せしめる前の二軸延伸フィルム）等を含むものである。通常の工程においては縦方向に一軸延伸後に塗布するのが好ましい。

【0034】上記塗布液の固形分濃度は、通常30重量%以下であり、10重量%以下が更に好ましい。塗布量は走行しているフィルム1m<sup>2</sup>当たり0.5~20g、さらに1~10gが好ましい。

【0035】塗布方法としては、公知の任意の塗工法が適用できる。例えば、キスコート法、バーコート法、ダイコート法、リバースコート法、オフセットグラビアコート法、マイヤバーコート法、グラビアコート法、ロールブラッシュ法、スプレーコート法、エアナイフコート法、合浸法及びカーテンコート法などを単独又は組み合わせて適用するとよい。

【0036】塗液を塗布した、結晶配向完了する前のポリエステルフィルムは、乾燥され、延伸、熱固定等の工程に導かれる。例えば水性液を塗布した縦一軸延伸ポリエステルフィルムは、ステンターに導かれて横延伸及び熱固定される。この間、塗布液は乾燥され熱架橋される。かかる処理は、従来から当業界に蓄積された条件で行うことができる。好ましい条件としては、例えば乾燥条件は90~130℃×2~10秒であり、延伸温度は90~130℃、延伸倍率は縦方向3~5倍、横方向3~5倍、必要ならば再縦方向1~3倍であり、熱固定する場合は180~240℃×2~20秒である。かかる処理後の塗膜の厚さは20~1000nm、更には40~500nmであることが好ましい。

【0037】＜製膜法＞本発明における偏光板彫形用ポリエステルフィルムは、基本的には従来から知られている、あるいは当業界に蓄積されている方法で製造することができる。しかし、本発明の要件を満足するため細心の注意が肝要である。例えば、先ず未配向積層フィルムを製造し、次いで該フィルムを二軸配向させることで得ることができる。この未配向積層フィルムは、従来から蓄積された積層フィルムの製造法で製造することができる。例えば、ポリエステルA層と、反対面を形成するポリエステルB層（必要に応じてC層）とを、ポリエステ

ルの溶融状態又は冷却固化された状態で積層する方法を用いることができる。さらに具体的には、例えば共押出やエクストルージョンラミネート等の方法で製造できる。本発明は共押出し法を採る。

【0038】各層の厚み配分に配慮し、上述の方法で積層されたフィルムは、更に従来から蓄積された二軸配向フィルムの製造法に準じて縦および横方向に延伸し、二軸配向フィルムとすることができる。例えば、融点( $T_m$ : $^{\circ}\text{C}$ )ないし( $T_m+70$ ) $^{\circ}\text{C}$ の温度でポリエステルを溶融・共押出して未延伸積層フィルムを得、該未延伸積層フィルムを一軸方向(縦方向又は横方向)に( $T_g-10$ ) $^{\circ}\text{C}$ ～( $T_g+70$ ) $^{\circ}\text{C}$ の温度(但し、 $T_g$ :ポリエステルのガラス転移温度)で2.5倍以上、好ましくは3倍以上の倍率で延伸し、次いで上記延伸方向と直角方向に $T_g$ ～( $T_g+70$ ) $^{\circ}\text{C}$ の温度で2.5倍以上、好ましくは3倍以上の倍率で延伸するのが好ましい。さらに必要に応じて縦方向および/又は横方向に再度延伸してもよい。このようにして全延伸倍率は、面積延伸倍率として9倍以上が好ましく、1.2～3.5倍がさらに好ましく、1.5～3.0倍が特に好ましい。

【0039】さらにまた、二軸配向フィルムは、( $T_g+70$ ) $^{\circ}\text{C}$ ～( $T_m-10$ ) $^{\circ}\text{C}$ の温度で熱固定することができ、例えばポリエチレンテレフタレートの場合は180～235 $^{\circ}\text{C}$ で熱固定するのが好ましい。偏光膜との貼合せ時等において熱収縮率が問題になる場合には、熱固定温度を225～235 $^{\circ}\text{C}$ とし、問題がなければ180～210 $^{\circ}\text{C}$ とするほうが配向角10度以下の範囲が広く、好ましい。熱固定時間は1～60秒が好ましい。

【0040】上記工程中、例えば縦延伸後にフィルムの片面(偏光膜に接する側)に、水分散性の塗剤を塗布し、フィルムにシリコン易接性の乾燥後5～200nmの皮膜を形成させることが好ましい。塗工法は限定されないが、リバースロールコーターによる塗工が好ましい。その他の条件は前項で述べた通りである。

【0041】なお、本発明における種々の物性値および特性は、以下の如く測定して評価することができる。

#### 【0042】(1) ヘーズ値

日本電色工業社製のヘーズ測定器(NDH-20)を使用してフィルムのヘーズ値をJIS P-8116に準拠して測定する。評価基準は次の通りである。

○:ヘーズ値4%以下

×:ヘーズ値4%超。

#### 【0043】(2) 配向角

偏光顕微鏡を用い、試料がない状態で暗視野の状態にする。検光子の偏光軸の方向と試料の横方向を合わせて試料を挿入する。配向角が0度であると、暗視野のままであり、その他の場合視野が明るくなる。試料を回転して暗視野とする。回転角が試料の配向角である。評価基準は次の通りである。

○:配向角が10度以下

×:配向角が10度超。

#### 【0044】(3) フライスペック

面光源、直交偏光板、拡大鏡を持つ装置の偏光板の上に試料を置いて、観察する。試料を回転させて暗視野にするとフライスペックが明るく見える。試料面積0.3m<sup>2</sup>当たり長径90 $\mu\text{m}$ 以上の個数で表す。評価基準は次の通りである。

○:長径90 $\mu\text{m}$ 以上のフライスペックの個数が0.3m<sup>2</sup>当たり5個以下

×:長径90 $\mu\text{m}$ 以上のフライスペックの個数が0.3m<sup>2</sup>当たり6個以上。

#### 【0045】(4) 表面粗さ

##### a. 中心線表面粗さ( $R_a$ )

フィルムの表裏両面をそれぞれ表面粗さ計(東京精密(株)サーフコム111A)で測定し平均値を算出して各表面の表面粗さとする。

##### b. 10点平均粗さ( $R_z$ )

ピークの高い方から5点( $H_{p1}$ ,  $H_{p2}$ ,  $H_{p3}$ ,  $H_{p4}$ ,  $H_{p5}$ )と谷の低い方から5点( $H_{v1}$ ,  $H_{v2}$ ,  $H_{v3}$ ,  $H_{v4}$ ,  $H_{v5}$ )をとり、その平均粗さを $R_z$ とする。すなわち  $R_z = [(H_{p1} + H_{p2} + H_{p3} + H_{p4} + H_{p5}) - (H_{v1} + H_{v2} + H_{v3} + H_{v4} + H_{v5})] / 5$  によって求めることができる。

#### 【0046】(5) 粒子の平均粒径

##### a. 粒子が一次粒子の場合

(株)島津製作所製CP-50型セントリフューグアルパーティクルサイズアナライザー(Centrifugal Particle Analyzer)を用いて測定する。得られた遠心沈降曲線を基に算出した各粒径の粒子とその残存量との積算曲線から、50マスパーセントに相当する粒径を読みとり、この値を上記平均粒径とする(「粒度測定技術」日刊工業新聞社発行、1975年、頁242～247参照)。

##### b. 粒子が凝集粒子の場合

添加した滑剤としての不活性微粒子が1次粒子の凝集による2次粒子である場合は、上記方法での平均粒径測定で得られた粒径は、実際の平均粒径より小さくなる場合があるため、次の方法を採用する。まず、粒子を含有したフィルムを断面方向に厚さ100nmの超薄切片とし、透過電子顕微鏡(例えば日本電子製JEM-1200EX)を用いて、1万倍程度の倍率で粒子を観察し、凝集粒子(2次粒子)を観察する。この写真を用いて、個々の粒子の円面積相当の直径を画像解析装置等を用いて粒子1000個について測定し、数平均した粒子径を平均2次粒径とする。なお、粒子種の同定はSEM-XMA、ICPによる金属元素の定量分析などを使用して行うことができる。平均1次粒径は透過電子顕微鏡の倍率を10万～100万倍にて撮影するほかは平均2次粒径粒径測定の方法に準じて測定する。

## 【0047】(6) フィルム厚み

外付マイクロメータで100点測定し、平均値を求めてフィルムの厚みとする。

## 【0048】(7) 融点

Du Pont Instruments 910 DSCを用い、昇温速度20℃/分で融解ピークを求める方法によった。なお、サンプル量は約20mgとする。

## 【0049】

【実施例1】ジメチルテレフタレートとエチレングリコールとを、エステル交換触媒として酢酸マンガンを、重合触媒として酸化ゲルマニウムを、安定剤として亜磷酸を、さらに滑剤として平均粒径1200nmの球状シリコン粒子をポリマーに対して0.005重量%、平均粒径600nmの球状炭酸カルシウムをポリマーに対して0.2重量%、平均粒径400nmのアルミナをポリマーに対して0.1重量%になるように添加して常法により重合し、固有粘度(オルソクロロフェノール、35℃)0.65のポリエチレンテレフタレートを得た。このポリエチレンテレフタレートのペレットを170℃で3時間乾燥後、押出機に供給し、熔融温度295℃で溶融し、線径13μmのステンレス細線よりなる平均目開き24μmの不織布型フィルターで濾過し、T形3層ダイの両表層から押出した。別の押出機に、滑剤粒子の量を無滑剤のポリマーで希釈し、表1に示す添加量としたポリマーを供給し、上記と同条件で上記T形3層ダイの中間層から押出した。この3層溶融物を表面仕上げ0.3s程度、表面温度20℃の回転冷却ドラム上に押出し、全厚み534μm、各層厚み70/394/70μmの未延伸フィルムを得た。

【0050】このようにして得られた未延伸フィルムを75℃に予熱し、低速ローラーと高速ローラーの間で1\*

\*5mm上方より800℃の表面温度の赤外線ヒーター1本にて加熱して3.6倍に延伸し、縦延伸終了後のフィルムの片面にシリコン易接性塗剤として次の成分の塗液を乾燥横延伸後40nmになるように塗布した。ここで用いた塗液は、シランカップリング剤(γ-グリシドプロピルトリメトキシシラン)83重量部、無機微粒子(平均粒径6nm、20%分散液pH9.5シリカゾル)2重量部、ノニオン界面活性剤(ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル)15重量部、を含み、クエン酸でpH6.3に調整した水性塗布液である。

【0051】続いてステンターに供給し、120℃にて横方向に3.9倍に延伸した。得られた二軸配向フィルムを200℃の温度で5秒間熱固定し、38μm厚みの二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0052】表1には、作成したフィルムの塗布層を除く最終的な層厚みの構成、各層に添加した滑剤の材質とその平均粒径、さらに滑剤の添加量を示す。そしてこうして得られたフィルムの全幅の中央付近から採取した試料の評価結果を表2に示す。表2の結果が示すように、いずれの特性も良好なものであった。

## 【0053】

【実施例2~4、比較例1~4】実施例1に準じて、ポリエチレンテレフタレートからなるポリエステルフィルムを作成した。ただし、各実施例および比較例においては、表1に示すように層厚みの構成や、滑剤添加の条件を変えてある。こうして得られたフィルムの特性を表2に示す。なお、比較例1はフィルム全幅の端の部分から採取した。この結果から、本発明のフィルムは要求特性を満足していることが明白である。

## 【0054】

【表1】

	層厚み (μm)				滑 剤						
	A層	B層	C層	全厚	滑剤材質／平均粒径(nm)			滑剤添加量 (重量%)			
					a	b	c		A層	B層	C層
実施例 1	5	28	5	38	シリコン樹脂 1200	炭酸カルシウム 600	アルミナ 400	a	0.01	0	0.01
								b	0.2	0.04	0.2
								c	0.1	0.02	0.1
実施例 2	5	33	—	38	シリコン樹脂 1200	炭酸カルシウム 600	アルミナ 400	a	0.01	0	—
								b	0.2	0.08	—
								c	0.1	0.04	—
実施例 3	5	40	5	50	シリコン樹脂 1200	炭酸カルシウム 600	—	a	0.01	0	0.01
								b	0.2	0.04	0.2
								c	—	—	—
実施例 4	5	15	5	25	シリコン樹脂 1500	炭酸カルシウム 600	アルミナ 400	a	0.01	0	0.01
								b	0.2	0.04	0.2
								c	0.1	0.02	0.1
比較例 1	38	—	—	38	多孔質シリカ 1700	—	—	a	0.07	—	—
								b	—	—	—
								c	—	—	—
比較例 2	38	—	—	38	炭酸カルシウム 600	—	—	a	0.25	—	—
								b	—	—	—
								c	—	—	—
比較例 3	38	—	—	38	シリコン樹脂 1200	—	—	a	0.1	—	—
								b	—	—	—
								c	—	—	—
比較例 4	38	—	—	38	シリコン樹脂 1200	炭酸カルシウム 600	—	a	0.01	—	—
								b	0.2	—	—
								c	—	—	—

【0055】

50 【表2】

	ヘーズ値 ○: 4%以下 ×: 4%超	配向角 ○: 10度以下 ×: 10度超	フライスペック ○: 5個以下 ×: 6個以上
実施例 1	○	○	○
実施例 2	○	○	○
実施例 3	○	○	○
実施例 4	○	○	○
比較例 1	○	×	×
比較例 2	×	○	○
比較例 3	×	○	○
比較例 4	×	○	○

## 【0056】

【発明の効果】本発明によれば、小配向角、高透明性、  
巻取、貼り合わせ、検品、剥離、搬送などの作業性を同\*

\*時に満足する偏光板離形フィルムを提供することができ、その工業的価値は高い。

フロントページの続き

Fターム(参考) 2H049 BA02 BB44 BB54 BC22  
2H091 FA08X FA08Z FD14 GA16  
GA17 LA02 LA12  
4F100 AA08H AA19H AK41A AK41B  
AK52H BA02 BA25 CA19  
DD07 DE01H EH202 GB48  
JK15 JN01 YY00  
4J002 BD032 CF061 CP032 DE136  
DE236 DG046 DJ016 FD012  
FD016